

Cara uji kimia kadar molibden baja dengan metode fotometri

Berdasarkan usulan dari Departemen Perindustrian
standar ini disetujui oleh Dewan Standardisasi Nasional
menjadi Standar Nasional Indonesia dengan nomor :

SNI 07-3114-1992

DAFTAR ISI

HALAMAN

1.	RUANG LINGKUP	1
2.	CARA UJI	1
3.	PELAPORAN	7

UJI KIMIA KADAR MOLIBDEN DALAM BAJA DENGAN METODE FOTOMETRI

1. Ruang Lingkup

Standar ini merupakan cara uji kimia kadar molibden dalam baja dengan batas konsentrasi molibden 0,01–1,50%.

2. Cara Uji

2.1 Cara Pengambilan Contoh.

Pengambilan contoh uji sesuai dengan ASTM E.59-1978 Pengambilan contoh uji besi dan baja untuk penetapan komposisi kimia.

2.2 Cara uji dapat dilakukan dengan metode fotometri.

2.2.1 Prinsip.

Larutan contoh uji ditambahkan dengan Tiosianat, yang membentuk kompleks Molibden dan kompleks besi tiosianat. Molibden dan besi direduksi oleh Stanoklorida, dan kompleks molibden diekstraksi dengan butil asetat. Pengukuran fotometri pada panjang gelombang 475 nm.

2.2.2 Batas Konsentrasi.

Batas konsentrasi molibden 0,0003–0,003 mg per mililiter dengan sel 1 cm.

2.2.3 Kestabilan Warna.

Warna merah muda Stabil selama 2 jam.

2.2.4 Pereaksi dan Peralatan.

2.2.4.1 Pereaksi.

Semua pereaksi yang digunakan adalah p.a.

2.2.4.1.1 Butil asetat ($C_4H_9CH_3COO$).

2.2.4.1.2 Larutan campuran asam.

Tambahkan 300 ml H_3PO_4 pekat (85%) dan 300 ml HNO_3 pekat (65%) ke dalam 1400 ml $HClO_4$ pekat (70%) sambil diaduk.

2.2.4.1.3 Standar Besi.

Kemurniannya minimum 99,8%, kandungan molibden maksimum 0,001%.

2.2.4.1.4 Larutan Standar Besi A, (1 ml = 70 mg Fe).

Larutkan 25 g feri sulfat [$Fe_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$] masukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan larutkan dengan 75 ml air panas (di atas $70^\circ C$). Dinginkan dan tambahkan 10 ml H_2SO_4 pekat (70%). Dinginkan dan encerkan sampai tanda tera dan kemudian dikocok.

2.2.4.1.5 Larutan Standar Besi B (1 ml = 0,84 mg Fe).

Tambahkan 12 ml larutan standar besi A ke dalam labu ukur 1 liter, 175 ml tambah H_2SO_4 (1+1), dan encerkan dengan air sampai tanda tera dan kemudian dikocok.

- 2.2.4.1.6 Larutan Standar Molibden A (1 ml = 0,2 mg Mo).
Timbang 0,2000 g logam molibden (kemurnian minimum 99,8%) masukkan ke dalam gelas piala dan larutkan dengan 10 ml HCl pekat (37%) dan HNO₃ pekat (65%) beberapa tetes sampai larut semua. Dinginkan, masukkan ke dalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda tera, dan kemudian dikocok.
- 2.2.4.1.7 Larutan Standar Molibden B (1 ml = 0,1 mg Mo).
Pipet 50 ml larutan standar molibden A ke dalam labu ukur 100 ml encerkan sampai tanda tera, dan kemudian dikocok.
- 2.2.4.1.8 Larutan Standar Molibden C (1 ml = 0,01 mg Mo).
Pipet 10 ml larutan standar molibden A ke dalam labu ukur 20 ml, encerkan sampai tanda tera, dan kemudian dikocok.
- 2.2.4.1.9 Larutan Natrium Tiosianat (NaSCN) 100 g/l.
Larutkan 100 g Natrium tiosianat dengan 500 ml air. Saring, dan encerkan sampai 1 liter. Simpan dalam botol gelap.
- 2.2.4.1.10 Larutan Stanoklorida (SnCl₂) 350 g/l.
Timbang 350 g stanoklorida dihidrat (SnCl₂·2H₂O) dan 200 g asam tatarat (C₄H₆O₆) masukkan ke dalam gelas kimia 1 liter, tambah 400 ml HCl (1+1) dan panaskan pada suhu 60–70°C sampai larut semua. Dinginkan dan encerkan sampai 1 liter. Tambahkan serpihan timah kurang lebih 2 g, dan simpan dalam botol tertutup.
- 2.2.4.2 Peralatan
- Fotometri
 - Peralatan Gelas
 - Penangas Air
 - Neraca Analitik
 - Pemanas
 - Corong Pisah
 - Kertas saring
 - Botol Semprot
- 2.2.5 Prosedur
- 2.2.5.1 Persiapan Kurva Kalibrasi untuk Konsentrasi 0,01–0,05%.
- 2.2.5.1.1 Larutan Kalibrasi.
- 2.2.5.1.1.1 — Timbang 0,3 g Standar besi dengan ketelitian 1 mg sebanyak 4 kali dan masing-masing dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 300 ml.
- Pipet larutan molibden C sebanyak 2,5; 10; dan 15 ml ke dalam Erlenmeyer.
 - Tambahkan 30 ml larutan campuran asam (2.2.4.1.2) dan panaskan sampai larut semua.
- 2.2.5.1.1.2 — Naikkan suhu dan uapkan sampai asap putih habis, dinginkan dan tambah 50 ml air dan 70 ml H₂SO₄ (1+1).
- Didihkan dan dinginkan dalam penangas air.

2.2.5.1.1.3 — Pindahkan ke dalam labu ukur 200 ml, encerkan sampai tanda tera, dan kemudian dikocok.

2.2.5.1.2 Larutan Pereaksi Blanko.

- Timbang 0,3 g besi dengan ketelitian 1 mg masukkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml.
- Tambahkan 30 ml larutan campuran asam (2.2.4.1.2) dan panaskan sampai larut semua.

2.2.1.5.3 Perkembangan Warna.

- Pipet 100 ml larutan kalibrasi ke dalam corong pemisah 250 ml, kocok 15 detik setiap masing-masing setelah penambahan dengan pipet 15 ml larutan Natrium tiosinat (NaSCN), 15 ml larutan Stano klorida (SnCl_2), dan 25 ml larutan butil asetat ($\text{C}_4\text{H}_9\text{CH}_3\text{OO}$).
- Tutup dan kocok dengan kuat selama 2 menit.
- Diamkan sampai terjadi pemisahan fase, buka tutupnya, dan pisahkan fase organik.
- Tambahkan ke dalam corong pemisah 50 ml larutan H_2SO_4 (1+6), 5 ml larutan Stanoklorida (SnCl_2).
- Tutup dan kocok dengan kuat selama 2 menit.
- Diamkan sampai terjadi pemisahan fase organik keluarkan fase anorganik, dan timbul batas warna merah muda sampai stabil.
- Kemudian keluarkan fase organik ke dalam labu ukur melewati corong yang berisi kertas saring.
- Lalu butil asetat isikan ke dalam sel serapan.

2.2.5.1.4 Larutan Pembanding.

- Sebagai pembanding digunakan larutan butil asetat.

2.2.5.1.5 Fotometri.

2.2.5.1.5.1 Fotometer sel majemuk.

- Ukur Pereaksi blanko menggunakan sel serapan dengan lintasan sinar 1 cm dan panjang gelombang pada 475 nm, menggunakan sel uji.
- baca fotometer dengan larutan kalibrasi.

2.2.5.1.5.2 Fotometer satu sel.

- Ambil sebagian larutan pembanding, masukkan ke dalam sel serapan dengan lintasan sinar 1 cm dan atur fotometer pada set awal dengan panjang gelombang pada 475 nm.
- Atur dan baca fotometer dengan larutan kalibrasi dan pereaksi blanko.

2.2.5.1.5.3 Kurve Kalibrasi.

- Alurkan hasil pembacaan fotometeri larutan kalibrasi dalam miligram molibden per 25 ml butil asetat.

2.2.5.2 Persiapan kurve Kalibrasi untuk Konsentrasi 0,05—0,55%.

2.2.5.2.1 Larutan Kalibrasi

2.2.5.2.1.1 Sama seperti pada (2.2.5.1.1.1.)

2.2.5.2.1.2 Sama seperti pada (2.2.5.1.1.2.)

- 2.2.5.2.1.3 — Pindahkan ke dalam labu ukur 500 ml, encerkan sampai tanda tera, dan kemudian dikocok.
- 2.2.5.2.2 Larutan Pereaksi Blanko.
— Seperti pada (2.2.5.1.2.)
- 2.2.5.2.3 Perkembangan Warna.
— Pipet 50 ml larutan kalibrasi ke dalam corong pemisah 250 ml, kocok 15 detik setiap masing-masing setelah penambahan dengan pipet 15 ml larutan Natrium tiosionat (NaSCN), 15 ml larutan stano klorida (SnCl_2), dan 50 ml larutan butil asetat ($\text{C}_4\text{H}_9\text{CH}_3\text{OO}$).
— Tutup dan kocok dengan kuat selama 2 menit.
— Diamkan sampai terjadi pemisahan fase, buka tutupnya, dan pisahkan fase organiknya.
— Tambahkan ke dalam corong pemisah 50 ml larutan H_2SO_4 (1+6) 5 ml larutan Natrium tiosianat (NaSCN) dan 5 ml larutan Stano Klorida (SnCl_2).
— Tutup dan kocok dengan kuat selama 2 menit.
— Diamkan sampai terjadi pemisahan fase organik keluarkan fase anorganiknya, dan timbul batas warna merah muda sampai stabil.
— Kemudian keluarkan fase organik ke dalam labu ukur melewati corong yang berisi kerta saring.
— Lalu butil asetat isikan ke dalam sel serapan.
- 2.2.5.2.4 Larutan Pembanding.
— Sebagai larutan pembanding digunakan larutan butil asetat.
- 2.2.5.2.5 Fotometer.
- 2.2.5.2.5.1 Fotometer Sel Majemuk.
— Sama seperti pada (2.2.5.1.5.1.)
- 2.2.5.2.5.2 Fotometer Sel Tunggal.
— Sama seperti pada (2.2.5.1.5.2.)
- 2.2.5.2.5.3 Kurve Kalibrasi:
— Sama seperti pada (2.2.5.1.5.3.)
- 2.2.5.3 Persiapan kurve Kalibrasi untuk Konsentrasi 0,4—1,5%.
- 2.2.5.3.1 Larutan Kalibrasi.
- 2.2.5.3.1.1 Sama seperti pada (2.2.5.1.1.1.)
- 2.2.5.3.1.2 Sama seperti pada (2.2.5.1.1.2.)
- 2.2.5.3.1.3 Sama seperti pada (2.2.5.1.1.3.)
- 2.2.5.3.2 Larutan Pereaksi Blanko.
— Sama seperti pada (2.2.5.1.2.)
- 2.2.5.3.3 Perkembangan Warna.
— Pipet 25 ml rantai standar besi B dan pipet 25 ml larutan kalibrasi, masukkan ke dalam corong pemisah 250 ml.

- Kocok 15 detik setiap masing-masing penambahan dengan pipet 15 ml larutan natrium tiosulfat (NaSCN), 15 ml larutan Stano klorida (SnCl_2), dan 100 ml larutan butil asetat ($\text{C}_4\text{H}_9\text{CH}_3\text{OO}$).
- Tutup dan kocok dengan kuat selama 2 menit.
- Diamkan sampai terjadi pemisahan fase organik keluarkan fase anorganik, dan timbul batas warna merah muda sampai stabil.
- Kemudian keluarkan fase organik ke dalam labu ukur melewati corong yang berisi kertas saring.
- Lalu butil asetat isikan ke dalam sel serapan.

2.2.5.3.4 Larutan Pembanding.

- Sebagai larutan pembanding digunakan larutan butil asetat.

2.2.5.3.5 Fotometer.

2.2.5.3.5.1 Fotometer Sel Majemuk.

- Sama seperti pada (2.2.5.1.5.1.)

2.2.5.3.5.2 Fotometer Sel Tunggal.

- Sama seperti pada (2.2.5.1.5.2.)

2.2.5.3.5.3 Kurve Kalibrasi.

- Alurkan hasil pembacaan fotometer dari larutan kalibrasi dalam miligram molibden per 100 ml larutan butil asetat.

2.2.5.4 Larutan Uji.

2.2.5.4.1 — Timbang 0,3 g contoh dengan ketelitian 1 mg, masukan ke dalam erlenmeyer 300 ml.

- Tambahkan 30 ml larutan campuran asam (2.2.4.1.2) dan panaskan sampai larut semua.

2.2.5.4.3 — Naikkan suhu dan uapkan sampai asap putih habis.

- Jika ada Krom, lanjutkan pemanasan sampai krom dioksidasi dan asap putih hanya di leher labu.
- Tambahkan hati-hati 1,0—1,5 ml HCl dengan cara meneteskan pada bagian pinggir dinding labu.
- Jika ada kromil klorida (CrO_2Cl_2), maka ulangi kembali dengan penambahan HCl sampai kromium telah diuapkan.
- Lanjutkan pemanasan sampai kira-kira 15 ml.
- Dinginkan, tambahkan 50 ml air dan 70 ml H_2SO_4 (1+1), panaskan sampai mendidih dan dinginkan dalam penangas air.

2.2.5.4.3 Pindahkan ke dalam labu ukur (lihat tabel 1) dan encerkan sampai tanda tera kemudian kocok.

Tabel 1

Molibden %	Pengencer (ml)	Larutan aliquot (ml)	Larutan Besi B (ml)	Butil Asetat (ml)	Berat contoh di dalam larutan butil asetat akhir (g).
0,01—0,05	200	100	Tidak ada	25	0,15
0,05—0,55	500	50	Tidak ada	50	0,03
0,40—1,50	500	25	25	100	0,015

2.2.5.5 Larutan Pereaksi Blanko.

— Sama seperti pada (2.2.5.1.2).

2.2.5.6 Perkembangan Warna.

- Pipet 25 ml larutan aliquot ke dalam corong pemisah, 250 ml yang telah berisi larutan standar besi, kocok 15 detik setiap setelah penambahan dengan pipet 15 ml larutan Natrium Tiosianat (NaSCN), 15 ml larutan Stano klorida (SnCl_2), dengan larutan butil asetat ($\text{C}_4\text{H}_9\text{CH}_3\text{OO}$) sesuai dengan tabel 1.
- Tutup dan kocok dengan kuat selama 2 menit.
- Diamkan sampai terjadi pemisahan fase, buka tutupnya, dan pisahkan fase organik.
- Tambahkan ke dalam corong pemisah 50 ml larutan H_2SO_4 (1+6), 5 ml larutan Natrium tiosianat, dan 5 ml larutan Stano klorida (SnCl_2).
- Tutup dan kocok dengan kuat selama 2 menit.
- Diamkan sampai terjadi pemisahan fase organik, dan timbul batas warna merah muda sampai stabil dan keluarkan fase anorganik.
- Kemudian keluarkan fase organik ke dalam labu ukur melewati corong yang berisi kertas saring.
- Lalu butil asetat isikan ke dalam sel serapan.

2.2.5.7 Larutan Pembanding.

— Sebagai pembanding digunakan larutan butil asetat.

2.2.5.8 Fotometer.

— Baca hasil pengukuran larutan uji dan larutan pereaksi blanko.

2.2.5.9 Perhitungan.

Konversikan pembacaan hasil fotometri larutan uji ke dalam miligram molibden di dalam larutan akhir dengan menggunakan kurve kalibrasi.

Hitunglah prosentase molibden yang ditunjukkan di bawah ini :

$$\% \text{ molibden} = \frac{A}{B \times 10}$$

di mana :

A = berat molibden (mg) yang terdapat pada 25, 50 atau 100 ml dalam butil asetat (larutan aliquot).

B = berat contoh dalam 25, 50 atau 100 ml dalam butil asetat (2.2.5.4.1).

3. Pelaporan:

Penetapan Kadar Molibden dalam baja :

1. No. Contoh :
2. Bahan :
3. Dibuat Untuk :
4. Contoh diterima, tanggal :
5. Tanggal Pengujian :
6. Metode Uji :
7. Hasil analisis kimia dari contoh asli dalam % berat :
 - a.
 - b.
 - c.
 - d. Rata-rata
8. Nama Pengujian :
9. Tanda tangan, tanggal :

Sebagai acuan untuk membuat SNI ini adalah :

ASTM E 350 1987 : Standard Test Method for Chemical Analysis of Carbon Steel, Low-Alloy Steel, Silicon Electrical Steel Ingot Iron and Wrought Iron.

ASTM E 50 1986 : Standard Practices for Apparatus Reagents, and Safety Precautions for Chemical Analysis of Metals.



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id